

PRODUCTION OF SURFACTANT

Patent number: JP4154756
Publication date: 1992-05-27
Inventor: KUWAZUKA TOSHIAKI; KONO TOSHIYUKI; TANAKA YOSHINORI
Applicant: MITSUI TOATSU CHEMICALS
Classification:
- international: B01F17/24; B01J31/02; C07B61/00; C07C303/22; C07C309/15; C11D1/18
- european:
Application number: JP19900275257 19901016
Priority number(s): JP19900275257 19901016

Abstract of JP4154756

PURPOSE: To obtain an aqueous solution of N-long chain acyltauride or paste, hardly causing turbidity, etc., useful for surfactants by reacting a taurine compd. with a fatty acid chloride obtained by reaction of carbonyl chloride with a fatty acid. **CONSTITUTION:** Firstly, a reaction is made pref. at 40-100 deg.C for ca.5hr between (A) a 8-20C saturated or unsaturated fatty acid such as lauric acid and (B) pref. 1.05-1.5 molar times, based on the component A, of carbonyl chloride in the presence of a solvent and/or catalyst if needed, followed by complete degassing to obtain a high-purity fatty acid chloride. Then, a further reaction is made between (1) one equivalent of this fatty acid chloride, (2) 0.5-1.5 equivalents of a taurine such as N-methyltaurine and (3) 1-4 equivalents of an alkali such as NaOH e.g. in an aqueous solvent esp. pref. at -10 to 40 deg.C for ca.5hr, thus obtaining the objective aqueous solution or paste, hardly causing turbidity or precipitation, usable as a raw material for surfactants without necessitating isolation thereof.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

Best Available Copy

JP-A-4-154756 (Machine Translation)

[patent claim]

(1). The carbonyl chloride is made to react with fatty acids, obtained fatty acid Crorid kind and taurines are made to react under the alkali existence, and N?. Method of manufacturing length chain Ashiltaurid kind solution or paste.

[detailed explanation of invention]

The use field on industry this invention is N? useful as the surface-active agent. It concerns the process of manufacture of length chain Ashiltaurid kind solution or the paste.

Past technology

N? It is assumed the process of manufacture of the length chain Ashiltaurid kind and, then, is known method (Ind, Eng, Chem., 42.9, p, 1626 (1950)) of making the alkaline solutions for taurines react with fatty acid Crorid and the improvement method (east peculiar under No. the United States patent No. 3057889 and 2903466 and a European patent No. 2675 and the 255733th).

Both fatty acid Crorid' is obtained by making three chloridization phosphorus react with the fatty acid in these methods.

N? manufactured thus thereLength..chain..solution..paste..surface-active agent..use..contain..little..inorganic..organic..phosphorus compound..cause..think..become impure..precipitation..give birth..surface-active agent..product..value..remarkable..drop.

Therefore, it is tried to evade such a phenomenon by adding various ion blockage medicines (No. the United States patent No. 2239284 and 2240957 and No. 2542385 and No. 3766068).

However, because these are not an essential solutions, and need a large amount of ion blockage medicine, the influence that it has on the quality of the surface-active agent is large.

Moreover, there is a disadvantage that the number of processes becomes long when industrially seeing, too.

Problem that invention starts solving

This invention is N? where impurity and precipitation, etc. might not be caused. It aims to offer the process of manufacture of length chain Ashiltaurid kind solution or the paste.

Means) to solve one problem

The purpose of the above-mentioned invention is N? according to making the carbonyl chloride react with fatty acids and making obtained fatty acid Crorid kind and taurines Shi under the alkali existence and crowd and react. It is achieved by

obtaining the length chain Anoltaurid kind.

Obtained N?Length chain Anoltauri F are not single Hana, and can be used as a raw material of the surface-active agent in the state of solution or the paste.

X? of this inventionThe process of manufacture of the length chain Ashiltaurid kind is as follows.

First of all, fatty acid Crorid is obtained by making the fatty acid react if necessary with the carbonyl chloride in the existence of the solvent or the catalyst.

Fatty acids that become raw materials are saturation or the unsaturated fatty acids of number 8?20 of carbons, and use and Youbai can similarly use various inactive solvents for the mixture fatty acids such as the palm oil fatty acids and the cow fatty acids besides the lauric acid, the palmitin acid, the myristic acid, and the one of single compositions such as oleic acids and stearic acids. For instance, aromatic hydrocarbons such as toluenes and Kinren;Halogenated hydrocarbons such as carbon tertrachlorides and Crorohenzen;Ethers such as Tetorahidorofran;They are aliphatic hydrocarbons such as hexane and cyclohexanes.

A large amount is industrially undesirable though the amount of the solvent is not especially limited.

The dimethyl formamide, Gemetilasetoamid, the Holm amid, Gemetilholmuanirid, pyridine, and the Tori ethyl amine, etc. can be used as a catalyst.

Desirability is between 0.1?3 mole % though the amount of the catalyst can react to the fatty acid of the raw material within the range of 0.01?10 mole %.

The amounts of impurities included in fatty acid Crorid increase when the effect of the catalyst is low for less than 0.01 mole %, and ten mole % is exceeded, and it is undesirable.

As for the carbonyl chloride, confronting the fatty acid can make it react more than the mole. It influences yield even if it uses it at 1.05?1.5 time mole level any further ..desirable..;It is industrially undesirable.

Desirability is 40?100 °C though a reactive temperature can react within the range from the room temperature to the vicinity of the boiling point of the solvent.

Moreover, the reaction will usually be concluded in about five hours.

Fatty acid Crorid can be obtained by high purity by completely doing the escape gas or the escape solvent operation after the reaction ends.

Next, N? that makes above-mentioned fatty acid Crorid and taurines react in the alkali existence under or solution or include water solvent, and aimsThe length chain Agelcurid kind can be obtained as solution or a paste.

For instance, taurine and' ? methylic taurine and N? as taurines that become raw materials. Ethyl taurine and N?Propyl taurine and N?Btiltaurin and N?Bentilcrarin

and N-Decarboxylase Kinlcurin and N-Feniltaurin and the alkali salt, etc. are enumerated. The sodium salt, the potassium salt, the calcium salt, and the ammonium salt, etc. are enumerated as an alkali salt.

Moreover, inorganic bases such as the sodium hydroxide, the potassium hydroxide, the hydroxide calcium, the barium hydroxides, and sodium carbonates as the alkali for instance; The sodium hydroxide and the potassium hydroxide are industrially useful though the organic bases such as pyridine and the Tertiary ethyl amines are enumerated.

These amounts of use are these amounts ..taurines 0.5-1.5.. and these amounts of alkali 1-4 against one fatty acid. Consider this amount.

Glycerol, the acetone, Tetrahydrofuran, the methanol, and the ethanol, etc. are enumerated as a solvent of the include water solvent.

Do especially though the reaction is possible between from 120°C to the return current temperature of a reactive liquid 10-40 °C is desirable.

A reaction speed slows when it is less than 20°C, and a fatty acid by-product by the Canadian moisture solution increases when the return current temperature of a reactive liquid is exceeded.

Moreover, the reaction will usually be concluded in about five hours.

Obtained N-Long chain ..chain.. Ashiltaurid is N-1 chain Aniltaurid and N-Long chain Ashil-N-Metiltaurid and N-Long chain Ashil-N-Etiltaurid and N-Long chain Ann roux N-Propiltaurid and N-Long chain Ashil-N-Btiltaurid and N-Long chain Aral-N-Pentiltaurid and N-Long chain Ashil-N-Hekishiltauri 1' and N-Long chain Ashil-N-It is Feniltaurid and the salt.

Na I, the Rium salt, the potassium salt, the ammonium salt, the Tertiary ethanol amine salt, and the lysine salt, etc. are enumerated as a salt.

The execution ..(.. example or less and it concretely explains this invention according to the execution example. It puts, and it is a weight standard in "%" to mention it specially as follows. Aimed N-The purity of the long chain Ashiltaurid kind was requested by amount of aspect titration or HPLC. Moreover, obtained N-. The following dissolubility examinations and the preservation stability examinations of solution or the paste of the long chain Ashiltaurid kind were done, and ..showing.. in table 1 and each table 2 as a result.

It is evaluation' ?1 ..crowding.. . four stages of the transparency in the heating dissolution experiment and watching Yuni at ... 60°C the dissolubility examination sample. Tamotsu knew the preservation stability examination sample during one power month in 40°C temperature controlled bath. Afterwards, this sample was evaluated and the transparency was evaluated by four stages at 60°C by doing the

heating dissolution and watching. The chloridization carbonyl 64g(0 and 65 moles) was introduced spending three time training the U phosphoric acid 120g(0 and 60 moles) to one execution example reaction machine)(with thermometer, stir machine, and condensation machine, and keeping 80°C. It was the decompression under after the reaction ended, and the carbonyl chloride of excessive was removed, and the rough Rauroilcrorid 129g was obtained. 28%N? beforehand8%N?Methylic Kura phosphorus 40g (0 and 50 mole corresponding), hydroxide Nat IJ Um solution 45%62.2g (0 and 70 mole corresponding), and water 100 N? from dThe methylic taurine sodium solution has been adjusted. The rough Rauroilcrorid 129g of the above-mentioned was dropped keeping 25° C the above-mentioned solution. N? that is adjusted with 40% sodium hydroxide solution after it ripens for two hours at 25°C after dropping ends to pH7 and 2, and aimed atRauroil?N?The Metiltaurit solution was obtained.

N?Rauroil?N?The content of Metiltaurit was 165g, and yield was 96 mole %. 300 toluene solution ? including the U phosphoric acid 120g(0 and 60 moles) was trained to two execution example reaction machine)(with thermometer, stir machine, and condensation machine. This solution was introduced and the chloridization carbonyl 64g(0 and 65 moles) ..keeping.. was introduced into 80°C spending three time. It was decompression under after the reaction ended, and rough Rauroilcrorid 130 removed the carbonyl chloride and the toluene of excessive The g was obtained. The taurine potassium solution has been adjusted from taurine water R liquid 10%63g(0 and correspond 05 moles) and the potassium hydroxide 7.3g(0 and 13 moles) beforehand. The rough Rauroilcrorid 13g of the above-mentioned (0 and 06 moles) was dropped keeping 10 ° C the above-mentioned solution. N? that is adjusted with 40% sodium hydroxide solution after it ripens for two hours at 30°C after dropping ends to PH7 and 2, and aimed atThe paste of Rauroiltaurit was obtained.

N?The content of Rauroiltaurit was 17g, and yield was 98 mole %.

Execution example 3

Xylene solution 100d including the palm oil fatty acid 45.0g(0 and 20 moles) and dimethyl formamide 0.15g(0,002 moles) was trained to a reactive machine)(with thermometer, stir machine, and condensation machine.

The chloridization carbonyl 64g(0 and 65 moles) was introduced spending three time keeping 80°C this solution.

It was the decompression under after the reaction ended, and the carbonyl chloride and the xylene of excessive were removed, and the rough Cacoilcrorid 238g was obtained.

N?Rough Cocoilcrorid 29.3g of the above-mentioned (0 and 13 moles) and 40% sodium hydroxide water 13g keeping 10°C solution 80ml including the methylic taurine sodium salt 16.2g(0 and 10 moles). (0 and 13 Mo. Corresponding)It dropped it to simultaneous.

Drop..end..cram

school..do..hydrochloric

acid..adjustment..aim..paste..obtain..content..yield..mole..%..execution..example.. execution..example..similar to..operation..but..oleic acid..in place of..rough.(It obtained it. 28%N? beforehandN? from methylic taurine solution 240g (0.50 mole corresponding), sodium hydroxide Mizt 45%662.2g (0 and 70 mole corresponding), and water 18QifThe methylic taurine sodium solution has been adjusted. The rough Oreoilcrorid 150g of the above-mentioned (0 and 50 moles) and the sodium hydroxide water 40%78 liquid 50g(0 and corresponded 50 moles) were dropped at the same time keeping 25° C the above-mentioned solution. \ ? Oreoilu N? that making pH7 or more and 1 to deep hydrochloric acid after doing cram school for two hours at 25°C after dropping ends it, is adjusted, and aimed atSeven Metiltau ') To water Eki was obtained. Haoreoilu N?The content of Metiltaurid is doing 198. It was Og, and yield was 97 mole %. ..execution example.. however in the operation similar to example 1 of five executions it, rough Cocoilcrorid was obtained in place of the palm oil fatty acid it as for the lauric acid.

2 N?The rough Cocoilcrorid 29.3g of the above-mentioned (0 and 13 moles) and the sodium hydroxide solution 40%13g(0 and 13 mole corresponding) were dropped at the same time keeping 10°C solution 80m including the Btiltaurinnatorium salt 21.3g(0 and 10 moles). After it ripens for four hours by 30°C, after dropping ends, it is ..in order.., and aimed eight time N? in pH7 and 2 according to a deep hydrochloric acid. Cocoil?N?The paste of Btiltaurid was obtained.

N?Cocoil?N?The content of Btiltaurid was 39.8g, and yield was 98 mole %.

Comparison example 1

It is operated all C2 as well as execution example 1, and is N? to have done phosphorus A with the lauric acid by three chloridizations as for rough Rauroilcrorid. Rauroil?N?Eight Metiltaurid water/liquids were obtained.

Comparison example 2

It is ..operation of all as well as execution example 2.. N? to have synthesized it from the lauric acid of rough Rauroilcrorid and three chloridization-phosphorus. The paste of Rauroiltaurid was obtained.

Comparison example 3

It is ..operation of all as well as execution example 3.. N? to have synthesized it from the palm oil fatty acid of rough Cocoilcrorid and three chloridization phosphorus.

Cocoil?N?The paste of Metiltauri 1' was obtained.

Comparison example 4

It is ..operation of all as well as execution example 4.. N? to have synthesized it from the oleic acid of rough Oreoilcrorid and three chloridization phosphorus. Oreoil?
\\ ? Metiltaurid solution was obtained.

Comparison example 5

It is operated all' as well as execution example 5, and is N? from the palm oil fatty acid and three chloridization phosphorus things except the combination as for rough Cöcoilcrorid. Cocoil?The paste of h * ? Btiltaurid was obtained.

Invention..effect..this..invention..carbonyl chloride..fatty
acid..react..have..obtain..fatty acid..kind..with..surface-active
agent..useful..length..chain..kind..become impure..precipitation..give
birth..table..dissolubility..evaluation..colorlessness..transparent..precipitation..ap
plicant for a patent..become
empty..table..preservation..stability..evaluation..east..pressure..chemistry..Ltd..

⑫ 公開特許公報(A) 平4-154756

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成4年(1992)5月27日

C 07 C 309/15

8217-4H

303/22

8217-4H

// B 01 F 17/24

6345-4G

B 01 J 31/02

1 0 2

C 07 B 61/00

3 0 0

C 11 D 1/18

7614-4H

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 界面活性剤の製造方法

⑮ 特 願 平2-275257

⑯ 出 願 平2(1990)10月16日

⑰ 発 明 者 敏 塚 敏 昭 千葉県茂原市六ツ野2791-1-223

⑱ 発 明 者 河 野 敏 之 千葉県長生郡長生村中之郷907

⑲ 発 明 者 田 中 良 典 神奈川県横浜市栄区小菅ケ谷町1612

⑳ 出 願 人 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

明 細 書

1. 発明の名称

界面活性剤の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1). 塩化カルボニルと脂肪酸類を反応させて得られる脂肪酸クロリド類と、タウリン類をアルカリ存在下に反応させて、N-長鎖アシルタウリド類水溶液又はペーストを製造する方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、界面活性剤として有用なN-長鎖アシルタウリド類水溶液又はペーストの製造方法に関する。

〔従来の技術〕

N-長鎖アシルタウリド類の製造方法としては、タウリン類のアルカリ溶液を脂肪酸クロリドと反応させる方法 (Ind. Eng. Chem., 42, 9, p. 1626

(1950)) や、その改良法 (米国特許第3057889号、同第2903466号、欧州特許第2675号、及び東独特許第255733号) が知られている。

これらの方法ではいずれも、脂肪酸クロリドは、三塩化リンを脂肪酸と反応させて得られる。

そこで、このようにして製造されたN-長鎖アシルタウリド類を水溶液又はペーストのまま、界面活性剤として使用した場合、これらに含有する微量の無機又は有機のリン化合物が原因と思われる濁りや沈澱等が生じて、界面活性剤の製品価値を著しく落とす。

そのため、各種のイオン封鎖剤を添加することにより、このような現象を回避することが試みられている (米国特許第2239284号、同第2240957号、同第2542385号、及び同第3766068号)。

しかし、これらは本質的な解決策ではない上に、多量のイオン封鎖剤を必要とするため、界面活性剤の品質に与える影響が大きい。

また、工業的に見た場合、工程数が長くなるという不利益もある。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明は、濁りや沈澱等を生じることのないN-長鎖アシルタウリド類水溶液又はペーストの

製造方法を提供することを目的とする。

(問題点を解決するための手段)

上記発明の目的は、塩化カルボニルと脂肪酸類を反応させて得られる脂肪酸クロリド類と、タウリン類をアルカリ存在下に反応させることにより、N-長鎖アシルタウリド類を得ることにより達成される。

得られたN-長鎖アシルタウリド類は、単離することなく、水溶液又はペーストの状態で界面活性剤の原料として用いることができる。

本発明のN-長鎖アシルタウリド類の製造方法は次のとおりである。

まず、脂肪酸を、必要ならば溶媒及び、又は触媒の存在下、塩化カルボニルと反応させることにより、脂肪酸クロリドを得る。

原料となる脂肪酸は、炭素数8~20の飽和又は不飽和脂肪酸であって、ラウリン酸、パルミチン酸、ミリスチン酸、オレイン酸、ステアリン酸等の単一組成のものほかに、椰子油脂肪酸、牛脂肪酸等の混合脂肪酸も同様に使用することができる。

反応させることができる。好ましくは、1.05~1.5倍モル程度で、これ以上用いても収率に影響はないが、工業的には好ましくない。

反応温度は、室温から溶媒の沸点付近までの範囲内で反応可能であるが、好ましくは、40~100℃である。

また、反応は通常、5時間程度で完結する。

反応終了後、脱ガス又は脱溶媒操作を完全に行うことにより、脂肪酸クロリドを高純度で得ることができる。

次に、上記の脂肪酸クロリドとタウリン類をアルカリ存在下、水溶液又は含水溶媒中で反応させ、目的とするN-長鎖アシルタウリド類を水溶液又はペーストとして得ることができる。

原料となるタウリン類としては、例えば、タウリン、N-メチルタウリン、N-エチルタウリン、N-プロピルタウリン、N-ブチルタウリン、N-ペンチルタウリン、N-ヘキシルタウリン、N-フェニルタウリン及びそのアルカリ塩等が挙げられる。アルカリ塩としては、ナトリウム塩、

る。

溶媒としては、様々な不活性溶媒を用いることができる。例えば、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類；四塩化炭素、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素類；テトラヒドロフラン等のエーテル類；ヘキサン、シクロヘキサン等の脂肪族炭化水素類である。

溶媒量は特に限定されないが、多い量は工業的に好ましくない。

触媒としては、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ホルムアミド、ジメチルホルムアニリド、ピリジン、トリエチルアミン等を用いることができる。

触媒の量は、原料の脂肪酸に対して、0.01~10モル%の範囲で反応可能であるが、好ましくは、0.1~3モル%の間である。

0.01モル%未満の場合には、触媒の効果が低く、10モル%を超える場合には、脂肪酸クロリド中に含まれる不純物の量が多くなり、好ましくない。

塩化カルボニルは脂肪酸に対し、等モル以上で

カリウム塩、カルシウム塩、アンモニウム塩等が挙げられる。

また、アルカリとしては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム、炭酸ナトリウム等の無機塩基；ピリジン、トリエチルアミン等の有機塩基が挙げられるが、工業的には、水酸化ナトリウムや水酸化カリウムが有用である。

これらの使用量は、脂肪酸クロリド1当量に対し、タウリン類 0.5~1.5当量とアルカリ 1~4当量である。

含水溶媒の溶媒としては、ジメトキシエタン、アセトン、テトラヒドロフラン、メタノール、エタノール等が挙げられる。

反応は-20℃から反応液の運流温度までの間で可能であるが、特に-10~40℃が好ましい。

-20℃未満であると反応速度が遅くなり、反応液の運流温度を越えると、加水分解による副生の脂肪酸が多くなる。

また、反応は通常、5時間程度で完結する。

得られるN-長鎖アシルタウリド類としては、N-長鎖アシルタウリド、N-長鎖アシル-N-メチルタウリド、N-長鎖アシル-N-エチルタウリド、N-長鎖アシル-N-プロピルタウリド、N-長鎖アシル-N-ブチルタウリド、N-長鎖アシル-N-ペンチルタウリド、N-長鎖アシル-N-ヘキシルタウリド、N-長鎖アシル-N-フェニルタウリド及びその塩である。

塩としては、ナトリウム塩、カリウム塩、アンモニウム塩、トリエタノールアミン塩、リジン塩等が挙げられる。

(実施例)

以下、実施例により本発明を具体的に説明する。以下において、「%」は、特記する以外は重量基準である。

なお、目的とするN-長鎖アシルタウリド類の純度は、分相滴定又はHPLCにより求めた。

また、得られたN-長鎖アシルタウリド類の水溶液又はペーストについて、次のような溶解性試験

上記の水溶液を25℃に保ちつつ、上記の粗ラウロイルクロリド129gを滴下した。

滴下終了後、25℃で2時間熟成した後、40%水酸化ナトリウム水溶液によりpH 7.2に調整し、目的とするN-ラウロイル-N-メチルタウリド水溶液を得た。

N-ラウロイル-N-メチルタウリドの含有量は165gで、収率は96モル%であった。

実施例2

反応器(温度計、攪拌機及び凝縮器付き)に、ラウリン酸120g(0.60モル)を含むトルエン溶液300mlを仕込んだ。

この溶液を80℃に保ちつつ、塩化カルボニル64g(0.65モル)を3時間かけて導入した。

反応終了後、減圧下、過剰の塩化カルボニル及びトルエンを除去し、粗ラウロイルクロリド130gを得た。

予め、10%タウリン水溶液63g(0.05モル相当)と水酸化カリウム7.3g(0.13モル)からタウリンカリウム水溶液を調整した。

試験及び保存安定性試験を行い、その結果をそれぞれ第1表及び第2表に示した。

・溶解性試験

試料を60℃で加熱溶解し、目視にて透明度を4段階で評価した。

・保存安定性試験

試料を40℃恒温槽に1ヵ月間保存した。

その後、この試料を60℃で加熱溶解し、目視にて透明度を4段階で評価した。

実施例1

反応器(温度計、攪拌機及び凝縮器付き)に、ラウリン酸120g(0.60モル)を仕込み、80℃に保ちつつ、塩化カルボニル64g(0.65モル)を3時間かけて導入した。

反応終了後、減圧下、過剰の塩化カルボニルを除去し、粗ラウロイルクロリド129gを得た。

予め、28%N-メチルタウリン水溶液240g(0.50モル相当)、45%水酸化ナトリウム水溶液62.2g(0.70モル相当)及び水100mlからN-メチルタウリンナトリウム水溶液を調整した。

上記の水溶液を10℃に保ちつつ、上記の粗ラウロイルクロリド13g(0.06モル)を滴下した。

滴下終了後、30℃で2時間熟成した後、40%水酸化ナトリウム水溶液によりpH 7.2に調整し、目的とするN-ラウロイルタウリドのペーストを得た。

N-ラウロイルタウリドの含有量は17gで、収率は98モル%であった。

実施例3

反応器(温度計、攪拌機及び凝縮器付き)に、椰子油脂肪酸45.0g(0.20モル)及びジメチルホルムアミド0.15g(0.002モル)を含むキシレン溶液100mlを仕込んだ。

この溶液を80℃に保ちつつ、塩化カルボニル64g(0.65モル)を3時間かけて導入した。

反応終了後、減圧下、過剰の塩化カルボニル及びキシレンを除去し、粗ココイルクロリド238gを得た。

N-メチルタウリンナトリウム塩16.2g(0.10モル)を含む水溶液80mlを10℃に保ちつつ、

上記の粗ココイルクロリド 29.3 g (0.13モル)と 40%水酸化ナトリウム水溶液 13 g (0.13モル相当)を同時に滴下した。

滴下終了後、30℃で4時間熟成した後、濃塩酸によりpH 7.2に調整し、目的とするN-ココイル-N-メチルタウリドのペーストを得た。

N-ココイル-N-メチルタウリドの含有量は、34.4 gで、収率は 98モル%であった。

実施例 4

実施例 1と同様の操作で、ただし、ラウリン酸をオレイン酸に代えて、粗オレオイルクロリドを得た。

予め、28%N-メチルタウリン水溶液 240 g (0.50モル相当)、45%水酸化ナトリウム水溶液 62.2 g (0.70モル相当)及び水 180 mlからN-メチルタウリンナトリウム水溶液を調整した。

上記の水溶液を 25℃に保ちつつ、上記の粗オレオイルクロリド 150 g (0.50モル)と 40%水酸化ナトリウム水溶液 50 g (0.50モル相当)を同時に滴下した。

比較例 1

粗ラウロイルクロリドをラウリン酸と三塩化リンから合成した以外は、すべて実施例 1と同様に操作して、N-ラウロイル-N-メチルタウリド水溶液を得た。

比較例 2

粗ラウロイルクロリドをラウリン酸と三塩化リンから合成した以外は、すべて実施例 2と同様に操作して、N-ラウロイルタウリドのペーストを得た。

比較例 3

粗ココイルクロリドを椰子油脂肪酸と三塩化リンから合成した以外は、すべて実施例 3と同様に操作して、N-ココイル-N-メチルタウリドのペーストを得た。

比較例 4

粗オレオイルクロリドをオレイン酸と三塩化リンから合成した以外は、すべて実施例 4と同様に操作して、N-オレオイル-N-メチルタウリド水溶液を得た。

滴下終了後、25℃で2時間熟成した後、濃塩酸によりpH 7.1に調整し、目的とするN-オレオイル-N-メチルタウリド水溶液を得た。

N-オレオイル-N-メチルタウリドの含有量は 198.0 gで、収率は 97モル%であった。

実施例 5

実施例 1と同様の操作で、ただし、ラウリン酸を椰子油脂肪酸に代えて、粗ココイルクロリドを得た。

N-ブチルタウリンナトリウム塩 21.3 g (0.10モル)を含む水溶液 80 mlを 10℃に保ちつつ、上記の粗ココイルクロリド 29.3 g (0.13モル)と 40%水酸化ナトリウム水溶液 13 g (0.13モル相当)を同時に滴下した。

滴下終了後、30℃で4時間熟成した後、濃塩酸によりpH 7.2に調整し、目的とするN-ココイル-N-ブチルタウリドのペーストを得た。

N-ココイル-N-ブチルタウリドの含有量は、39.8 gで、収率は 98モル%であった。

比較例 5

粗ココイルクロリドを椰子油脂肪酸と三塩化リンから合成した以外は、すべて実施例 5と同様に操作して、N-ココイル-N-ブチルタウリドのペーストを得た。

〔発明の効果〕

本発明によれば、塩化カルボニルと脂肪酸類を反応させて得られる脂肪酸クロリド類を用いることにより、界面活性剤として有用なN-長鎖アルタウリド類を、濁りや沈澱を生じることなく製造することができる。

第1表 溶解性

	評 価
実施例 1	◎
2	◎
3	◎
4	◎
5	◎
比較例 1	○～△
2	×
3	△
4	×
5	×

第2表 保存安定性

	評 価
実施例 1	◎
2	◎～○
3	○
4	◎
5	◎
比較例 1	×
2	×
3	×
4	×
5	×

◎：無色透明、○：わずかに濁り、△：白濁、

×：沈殿、

特許出願人(312)

三井東圧化学株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.